

## 나노 힘 센서를 이용한 탄소나노튜브 인장물성 측정

남승훈\*(한국표준과학연구원), 백운봉(한국표준과학연구원), 박종서(한국표준과학연구원),  
이윤희(한국표준과학연구원), 권성환(공주대학교), 김엄기(공주대학교)

Measurement of Tensile Properties for Carbon Nano Tubes Using Nano Force Sensor

Seung Hoon Nahm<sup>†</sup>, Un Bong Baek, Jong Seo Park, Yun-Hee Lee,  
Sung Hwan Kwon and Amkee Kim

### ABSTRACT

Carbon nanotubes (CNTs) have attracted an increasing attention due to their superior mechanical properties and potential application in industries. The strength of CNT has been predicted or calculated through several simulation techniques but actual experiments on stress-strain behavior are rare due to its dimensional limit, nanoscale positioning/manipulation, and instrumental resolution. We have attempted to observe straining responses of a multi-walled carbon nanotube (MWNT) by performing an in-situ tensile testing in a scanning electron microscope. The carbon nanotube, having its both ends attached on a cantilever force sensor and Y-shaped support, was elongated by a computer-controlled nanomanipulator. Linear deformation and fracture behaviors of MWNT were successfully observed and its force-displacement curve was also measured from the bending stiffness and displacement of the force sensor and manipulator.

**Key Words** : Carbon Nano Tube(탄소나노튜브), Tensile Properties(인장특성), Nano Manipulator(나노 조작기), Force Sensor(힘 센서)

### 1. 서론

21세기에 들어 나노기술은 모든 분야의 기술을 이끄는 구동력이 되고 있다. 선진 각국은 나노기술의 미래의 막대한 잠재적 시장성과 전략적 중요성을 인식하고 기술 경쟁력 향상을 위하여 노력을 경주하고 있다. 반도체산업의 미세화 기술은 끊임없는 발전으로 이미 나노기술영역에 돌입한지 오래다. LSI의 프로세스물이 1  $\mu\text{m}$  수준이 된 것도 이미 10년 이상 경과하였고 이제 100 nm의 벽을 돌파하는 단계에 도달해 있다. 한편 단일 전자 디바이스와 카본 나노튜브라고 하는 수 나노미터 영역에서의 다양한 연구개발 성과가 산출되기 시작하여 향후 수년 내에 단일 전자 디바이스와 카본 나노튜브의 기술이 반도체기술에 융합될 전망이다. 카본 나노튜브기술이란 91년에 발견된 탄소결정의 신소재로 튜브 상으로 배열되어 분자를 형성한 물질로서 독특한 전기적, 화학적 특성과 뛰어난 기계적 특성으로 인하여 Macro 세계의 한계를 극복케 하는 유망한 나노소재가 되고 있다. Fig. 1은 카본 나노튜브의 응용분야를 도시하여 나타낸 것이다.

카본 나노 튜브는 이 소재가 갖는 완전한 구조적 특성 때문에 초 강도 탄소 섬유로서의 잠재성에 기대가 모아진다. 탄소 나노 튜브가 예외적으로 우수한 기계적 강도를 갖는다는 것은 이론적으로 예측되고 있고 현실적으로 17 nm 직경의 튜브에 대하여 실험적으로 strain-stress 거동을 측정하려는 시도가 있다. 카본 나노튜브의 강도, 탄성계수 등과 같은 설계 파라미터에 관한 정보는 나노/마이크로 구조물에 설계조건을 제시하는데 반드시 필요하고, 더 나아가 나노소재로 구성된 Macro 구조물에 대한 기계적 거동의 변화를 이해하는데 유익하다. 그 한 응용 예로 카본 나노 튜브를 강화재(reinforcement)로 사용하여 고장력 복합재료를 제조하여 사용하는 경우를 생각할 수 있다.

이에 따라 나노 재료의 기계적 물성 측정장비가 해결되어야 할 새로운 영역으로 대두되었다. 시험장비의 정밀도와 기능을 나노 수준으로 한 차원 높이는 연구를 필요로 한다. 나노 세계로의 접근의 어려움은 이론적 및 실험적 측면에서 모두 존재하는데 나노 시스템의 기본적 원리를 우리가 이해하기란 매우 어렵고 실험적으로도 직접 측정해야 하는 물

리량과 시험편의 스케일이 매우 작아 기술적인 어려움이 존재한다. 측정장비가 차지하는 공간, 무게 및 가격을 줄이는 시스템 소형화가 필수적이며, 이와 함께 나노 스케일에서의 manipulation, 위치 제어 기술 등이 요구된다.

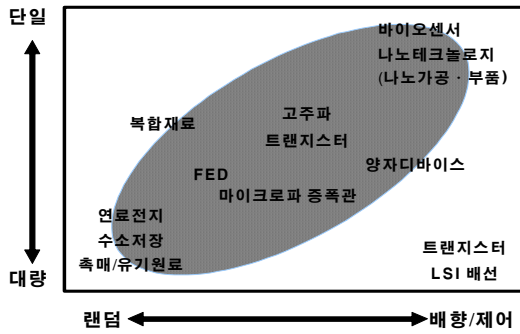


Fig. 1 Application of carbon nanotube.

## 2. 실험장치

### 2.1 나노조작기(nano-manipulator)

나노튜브의 인장시험은 일반적으로 사용되는 시험기에서는 적용이 불가능하므로 기존에 사용되고 있는 시험기와는 다른 형태의 시험기를 필요로 한다. 탄소나노튜브의 직경은 수~수십 nm, 길이는 수 백 nm ~ 수 μm까지 다양한 크기가 있으나, 시험기는 수 나노 nm 단위의 초정밀 조작기로 설계되어야 한다. 이러한 필요성에 따라 설계 제작된 탄소나노튜브의 인장시험장치가 nano-manipulator이다.

Fig. 2는 나노튜브의 인장시험을 위해 설계 제작된 나노-조작기이다. 나노-조작기는 x, y, z 3축으로 구성되어 있으며 각축은 최소 약 1 nm정도의 초정밀 구동이 가능하나 기기 내의 고유 진동으로 인하여 10 nm정도의 정밀도를 가진다.

각각의 축에는 한 개의 나노 모터가 장착되어 있는데, 일반모터에 비해 발생하는 전자기장이 적기 때문에 SEM 영상에 영향을 최소화 하도록 설계되었다. 나노-조작기는 SEM의 챔버 내부에 부착되어 실험을 진행하도록 하였으며, 부착 위치 및 부착방법 역시 SEM 영상을 최대한 고려하였다.

### 2.2 Network control(NWC)

NWC는 나노조작기와 컴퓨터의 중간 매개체 역할을 하며, 컴퓨터의 입력기기인 키보드, 마우스 및 조이스틱으로 나노조작기를 제어할 수 있도록 한다.

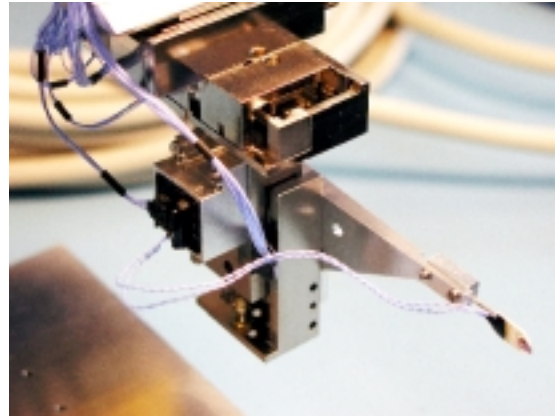


Fig. 2 Nano-manipulator



Fig. 3 Network control(NWC)

Fig. 3은 NWC의 전면으로 컴퓨터와 조작기를 연결할 수 있도록 되어있다. 조작기의 절대적 위치와 상대적 위치를 표시하며, SEM을 통하여 육안확인 가능하나 2차원적인 단면으로만 표시 되므로 NWC가 제공하는 조작기의 위치로 3차원적인 조작이 가능하도록 제작되어있다. Sensor로부터 오는 신호를 수치화하여 컴퓨터를 통하여 display할 수 있도록 되어 있다.

### 2.3 Force sensor

나노튜브 인장시험에 사용되는 센서는 기존의 인장시험기에 사용되는 것과는 크기와 형태에서 다른 완전히 새로운 방법이 도입되어야 한다. 또한 조작기는 3축으로 이동만 가능할 뿐 시편을 고정시킬 수 있는 기능이 없으므로 이 부분도 고려되어야 한다.

Sensor의 형태는 Fig. 4에서와 같이 AFM tip을 기판위에 부착시킨 형태로 제작되었으며, sensor의 처짐량을 측정하도록 제작되었다. Cantilever의 끝은 Fig. 5처럼 원뿔형으로 돌출되어 있으며, 이 원뿔은 실험에서 나노튜브를 접촉시키는데 사용된다. 재질은 single crystal silicon으로 제작되었다. Sensor의 cantilever의 처짐량은 voltage로 얻어지는데 이 값은 NWC로 전송되어 수치화 단계를 거쳐 display된다.

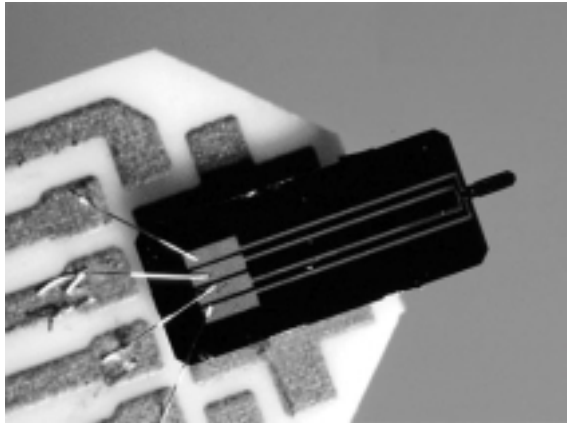


Fig. 4 Force sensor

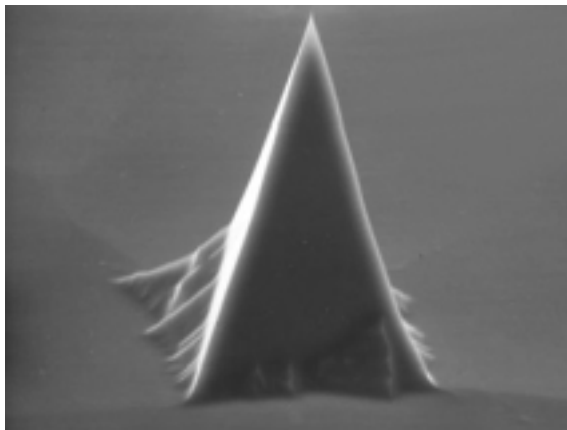


Fig. 5 Force sensor tip

## 2.4 실험장비 배치

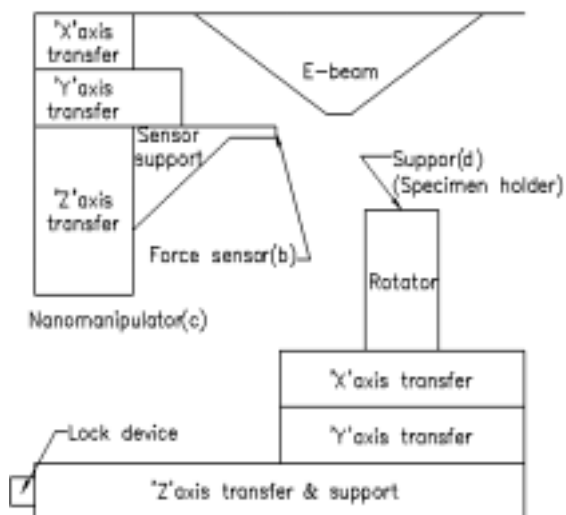


Fig. 6 Schematic diagram of experimental set-up

나노튜브의 인장시험장치는 SEM 내부에 설치하게 되어있다. Fig. 6은 챔버 내부에 설치되는 나노조작기의 위치 및 시편지지대의 위치를 나타낸 개략도이다.

Fig. 7은 시편지지대를 나타내는데 인장시험장치와는 달리 고정형으로 제작되었으며, 단면이 “Y”형으로써 상부는 원판형으로 제작되어 360° 전 부분을 활용하도록 하였고, 고강도의 강으로 가공 후 열처리와 표면 연마를 통하여 나노튜브의 부착부분을 최대한 날카롭게 가공하였다.

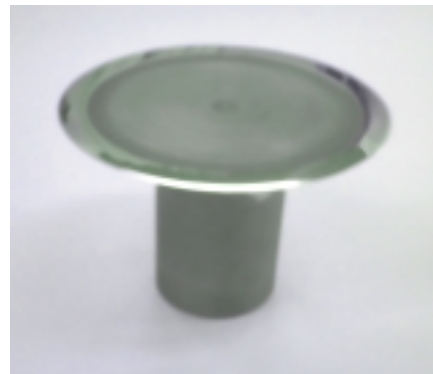


Fig. 7 ‘Y’type support for CNT

## 3. 실험소재 및 실험방법

### 3.1 실험소재

CNT의 인장시험에 사용될 시편은 직경이 15 nm 수준으로 SEM(주사전자현미경) 관찰이 용이한 선형 CNT를 사용하였으며, sensor와 'Y'형 지지대에 집착을 고려하여 길이 3~5  $\mu\text{m}$ 를 사용하였다. 시료는 아크 방전법으로 제작된 다중벽 탄소나노튜브(MWCNT)이며, 다른 증착법으로 성장한 탄소나노튜브(SWNT, MWNT)에 비해 직진성과 직경(15 nm), 길이(3~5  $\mu\text{m}$ )등이 일정함을 SEM으로 확인하였다. 단 다른 제작법으로 성장시킨 CNT에 비해 불순물의 함유율이 높은 단점이 있으나 불순물을 지지하고 서 있는 CNT는 시편의 선정 및 sensor tip에 부착한다거나 부착한 후 모체로부터의 분리하는 것이 용이하다는 장점이 있다.

본 연구에서 선택한 탄소나노튜브의 단면적은 이론적으로 알려져 있는 탄소원자의 직경을 고려하여 계산하였다.<sup>1</sup> 문헌에 알려져 있는 탄소원자의 직경이 0.154 nm이고 직경이 15 nm이므로 탄소나노튜브의 벽이 한 층의 탄소원자들로 구성되어 있다고 가정하면 그 단면적은 7.179  $\text{nm}^2$ 이 된다.

### 3.2 실험방법

나노튜브의 인장시험을 위한 별도의 시편 고정치가 없으므로, sensor tip 및 'Y'형 지지대의 원판부위에 전자빔으로 나노튜브를 용접하여 고정시켰다.

Fig. 8은 시편을 시험장치와 지지대에 고정시키는 과정을 나타낸 개략도이다. 실험방법은 sensor tip 위에 CNT가 위치하도록 조작기를 제어한 뒤 전자빔을 주사하여 주변의 카본이 접착부위에 쌓이게 하여 접착시키고, 다른 한쪽 역시 지지대 위에 나노튜브가 위치하게 조작기를 제어하고, 전자빔을 주사하면 주변의 카본이 접착부위에 엉겨 붙어 나노튜브와 지지대를 접착시키면 양쪽이 고정되며, Fig. 9와 같이 된다.

인장시험시 sensor에 작용하는 하중을 최대 3000 digit로 설정하여 무리한 하중으로부터 sensor의 손실을 막고자 하였고, 인장속도를 21 nm/s로 하였고, 5 nm마다 sensor에 작용하는 부하 값을 측정하도록 설정하여 나노튜브 시편의 인장시험과정을 기록하였다.

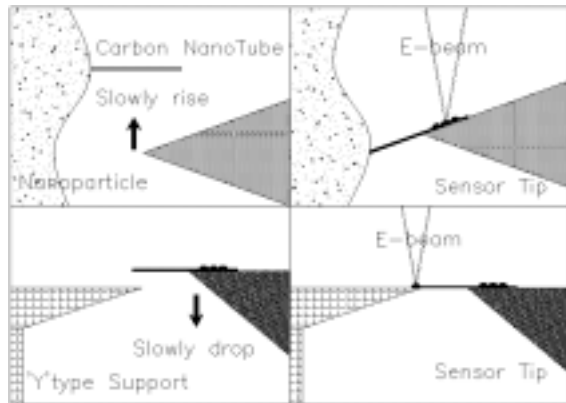


Fig. 8 Adhesion procedure of CNT on AFM tip

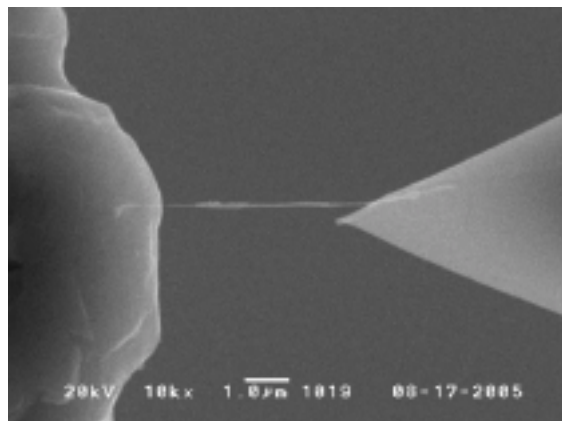


Fig. 9 SEM image of CNT attached at both ends

### 4. 결론 및 고찰

SEM 내에서 nano-manipulator를 사용하여 탄소나노튜브를 인장시험하여 Fig. 10과 같은 결과를 얻었다. 시험결과에서 데이터가 고르지 않고 noise가 포함되어 있는 것은 나노모터의 구동이 step단위로 구동되기 때문에 모터의 미세한 진동을 sensor가 감지하여 나타나는 현상으로 추정된다.

Fig. 10을 분석한 결과, 인장하중은 69.3 nN이고, 나노튜브의 단면적이  $7.179 \text{ nm}^2$ 이므로 인장강도는 9.65 GPa이 된다. 또한 나노튜브의 탄성계수는 sensor의 처짐량을 고려하여야 하지만, sensor의 처짐량 (0.0055 nm)이 나노튜브의 변형량(197.7 nm)에 비하여 극소량이기 때문에 무시하면 변형률은 약 4.2%이다. 이때 나노튜브의 탄성계수는 229.9 GPa가 된다.

나노튜브의 인장물성 측정이 가능하도록 인장시험장치와 센서를 제작하여 인장물성을 도출해 내는데 성공하였다. 이와 같은 방법을 사용하면 단일벽 나노튜브 및 제작방법을 각기 달리 하여 생산된 여러 가지 나노튜브 소재에 대해서도 기계적 물성을 찾아내는 것이 가능하리라 추정된다.

본 실험에서는 이론적으로 기계적 특성이 우수하다고 알려져 있었던 탄소나노튜브의 인장특성을 나노조작기와 힘센서를 이용하여 실험을 통하여 직접 알아냄으로서 나노튜브의 기계적 물성의 우수성을 확인하였다.

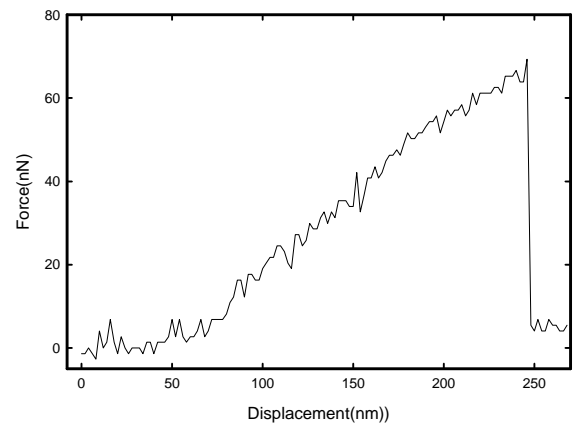


Fig. 10 Tensile properties for MWCNT

### 참고문헌

1. Dresselhaus, M. S., Dresselhaus, G. and Avouris, P., "Carbon Nanotubes: synthesis, structure, properties, and applications," Physics and Astronomy Classification Scheme, pp. 287-327, 2001.